



TITLE:

サブミクロンスケール異材積層界面の破壊特性に関する研究(Abstract_要旨)

AUTHOR(S):

河合, 江美

CITATION:

河合, 江美. サブミクロンスケール異材積層界面の破壊特性に関する研究. 京都大学, 2016, 博士(工学)

ISSUE DATE:

2016-03-23

URL:

<https://doi.org/10.14989/doctor.k19683>

RIGHT:

学位規則第9条第2項により要約公開; 許諾条件により本文は2018-07-10に公開; 第2章の内容: Emi Kawai, Kazunori Sanada, Takashi Sumigawa, Takayuki Kitamura, Delamination crack initiation from copper/silicon nitride interface edge with nanoscale singular stress field, Engineering Fracture Mechanics Vol.120 (2014) pp.60~66 に掲載. ISSN 0013-7944 <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfracmech.2014.02.001>. (<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0013794414000265>); 第3章の内容: 河合江美, 澄川貴志, 北村隆行, サブミクロンスケール厚さの高分子薄膜のクリープによる基板からの界面はく離特性, 材料 Vol.65 No.2 (2016) pp.176-181 に掲載. <https://doi.org/10.2472/jsms.65.176> (https://www.jstage.jst.go.jp/article/jsms/65/2/65_176/_article/-char/ja/); 第4章の内容: 澄川貴志, 河合江美, 丸毛智也, 谷江尚史, 北村隆行, 斜め蒸着法で作製した銅らせん型ナノ要素集合薄膜の破壊強度支配因子, 日本機械学会論文集中 Vol.81 No.831 (2015) p.15-00446 に掲載. <https://doi.org/10.1299/transjsme.15-00446> (https://www.jstage.jst.go.jp/article/transjsme/81/831/81_15-00446/_article/-char/ja/)

京都大学	博士（工学）	氏名	河 合 江 美
論文題目	サブミクロンスケール異材積層界面の破壊特性に関する研究		
<p>（論文内容の要旨）</p> <p>電子デバイスやマイクロセンサー等の微小な構造体は多くの異種材料が積層した構成となっているため、それらのデバイスの破壊は界面を起点としたものや界面に沿う場合が多い。また、その界面破壊は、使用条件や材料の組み合わせ等に起因してクリープや疲労などの複雑な破壊過程を示す現象によっても生じることがある。さらに、最近では機能性を高めるため複雑な界面構造を持った材料が開発されつつあり、特有の破壊挙動を示す。これらの微小デバイスの信頼性を高めるためには、異種積層界面における複雑な破壊過程を力学的視点から解明する必要がある。とくに、サブミクロンスケールの構造体の界面破壊は実験が困難であるため、有効な知見がきわめて少なく、支配力学因子が未定であった。本論文は、界面端からのき裂発生および界面上のき裂伝ばの実験を行い、それに基づく破壊力学的研究に取り組んだものであって、5章からなっている。</p> <p>第1章は緒論であり、研究の背景および本論文の目的を述べている。界面き裂先端近傍や界面端近傍においては応力が無限大に発散する特異性を示す場合があることを指摘し、その応力特異場の強さを代表する破壊力学パラメータについて説明している。つぎに、マクロ材におけるクリープや疲労等の複雑な破壊現象下におけるき裂伝ば速度を支配するパラメータに関する研究動向を示し、微小構造体での研究の必要性を指摘している。さらに、特殊な力学特性を示す複雑な界面構造の代表としてナノ集合薄膜について説明した上で、本研究の目的を明確に示している。</p> <p>第2章は、サブミクロン厚さの複数の異材薄膜で構成された積層材料について、平坦な界面端に対する単純引張り負荷によるき裂発生について検討している。積層材料を構成する銅薄膜と窒化シリコン薄膜の界面を対象とし、それを含む微小カンチレバー試験片を切り出すとともに、透過型電子顕微鏡内において一方向静的負荷試験を行い、界面端からの破壊過程のその場観察に成功している。その観察結果と界面端近傍の応力特異場に関する数値解析結果を総合して、界面端のき裂は特異場の強さを表す応力拡大係数が臨界値に達したときに発生することを明らかにしている。さらに、カンチレバーの高さを変えることによって界面端近傍の応力特異場の広がりを制御できることに着目して、界面端からのき裂発生を支配する特異場寸法を解明する方法を提案している。同法による実験に基づき、本界面端のき裂発生はナノメートル・オーダー（25 nm 程度）の寸法の応力特異場が支配していることを明らかにしている。破壊力学は連続体仮定に基づいており、対象領域寸法が原子の大きさに近づくと適用できなくなる可能性があるが、き裂発生や伝ばにおける応力特異場寸法の下限界は明らかになっていない。本結果は、その限界寸法が 25nm 以下であることを世界で初めて実証したものである。すなわち、ここで明らかにした臨界応力拡大係数値によって、サブミクロン構造体に生じるナノメートル・オーダーの応力特異場に起因した界面き裂発生を予測できることを明らかにしたことに工学的価値がある。</p> <p>第3章は、代表的な複雑界面破壊メカニズムとしてクリープき裂伝ばに着目し、実験的検討を行っている。まず、クリープを生じる薄膜を含むサブミクロン材料の界面き裂</p>			

京都大学	博士（工学）	氏名	河 合 江 美
<p>伝ぱ試験方法を開発している。とくに、試験片の片面をガラス板で固定することによって界面き裂を試験中に観察できるように工夫している。同法をサブミクロン厚のエポキシ薄膜とシリコン基板の界面に適用し、そのき裂発生・伝ぱ過程の詳細をその場観察している。負荷速度を変えた一方向引張り試験および荷重保持試験においてき裂伝ぱ挙動が時間依存性を示すことから、エポキシ薄膜の室温におけるクリープによって界面き裂伝ぱが生じたことを明らかにしている。さらに、薄膜積層材料では硬い材料によってクリープを示す薄膜の変形が拘束されることに着目し、クリープ支配領域がき裂先端近傍に限定される小規模クリープ状態下でのき裂伝ぱが微小積層材料のクリープによる界面破壊の特徴であることを指摘している。すなわち、膜厚の減少に伴って周囲からの変形拘束の影響が強くなるため、クリープ領域の成長が阻害される。このとき、小規模クリープの応力特異場はクリープ領域が大きい大規模クリープのそれより強いいため、膜厚の減少に伴ってき裂の伝ぱが促進されると考えられる。そこで、エポキシ薄膜の厚さを変えることによって変形拘束の強さを変化させた試験片を用いた実験を行って、本界面き裂伝ぱがエポキシ薄膜の小規模クリープによって生じていることを明らかにしている。さらに、有限要素法解析を用いてこれらの試験片に対する応力解析を行ってき裂先端近傍の応力特異場の詳細を求め、試験で観察された時間依存性き裂伝ぱ速度が弾性応力拡大係数と強い相関があることを明らかにしている。サブミクロン構造体のクリープ破壊における小規模クリープの重要性を実証したことが、本研究の大きな特徴である。</p> <p>第4章は、代表的な複雑構造を有する界面としてナノメートル・スケールの銅製スプリングが密集した構造を取り上げ、その界面端部からの破壊発生実験方法を開発している。成膜時に蒸着原子入射方向に対して基板を大きく傾けると同時に基板を回転させる動的斜め蒸着法によって形状・寸法・密度を制御したナノ要素集合薄膜を異材膜中に作製している。ここで、密度が異なる3種類の構造を作り出すことに成功している。このナノスプリング層を含む材料からカンチレバー試験片を作製し、一方向静的負荷による界面端からのき裂発生実験を行うことに成功している。また、その破壊荷重が、ナノスプリングの密度にほぼ比例することを実験的に明らかにしている。一方、各スプリングを等価な剛性を有する円柱型はり要素で表現することで、多くの離散要素からなる界面構造を対象とした詳細な有限要素法応力解析を可能にしている。この解析によって、カンチレバーの曲げによる界面端近傍の応力場の詳細を解明している。実験結果における臨界荷重と照合することによって、本複雑構造によって界面端近傍の応力特異場が実際に消失していることを示している。また、本構造においては、ナノスプリングの個別強度の集合が界面の強さとなっており、スプリング数が界面端強度を支配していることを明らかにしている。</p> <p>第5章は結論であり、本論文で得られた成果について要約している。</p>			

(論文審査の結果の要旨)

本論文は、電子デバイスやマイクロセンサー等において破壊発生箇所となりやすいサブミクロンスケールの異材積層界面を対象とし、界面端からのき裂発生および界面上のき裂伝ばの力学的支配因子を明らかにすることを目的に研究した成果についてまとめたものであり、得られた主な成果は次のとおりである。

(1) サブミクロン厚さの銅薄膜と窒化シリコン層を含むカンチレバー試験片に対する透過型電子顕微鏡内における一方向静的負荷試験により、応力特異場を有する銅/窒化シリコン界面端からの破壊をその場観察することに成功している。また、実験結果より得られた臨界荷重と詳細な力学解析から、界面端の応力特異場の大きさがナノオーダー(25 nm 程度)であっても、連続体仮定に基づく破壊力学概念によって界面き裂発生を予測できることを明らかにしている。

(2) 界面破壊メカニズムの複雑性のひとつとしてクリープ破壊に着目し、サブミクロン材料のクリープ界面き裂伝ば試験方法を開発している。とくに、き裂伝ばを連続的に測定するためのその場観察試験手法に特徴がある。顕著なクリープ特性を示すエポキシ薄膜とシリコン基板の界面を対象にした界面き裂伝ば実験を実施して、エポキシ薄膜の厚さがサブミクロンオーダーの場合には、隣接材料の変形拘束によってクリープ支配領域がき裂先端近傍に限定される小規模クリープが現れることを明らかにしている。また、それによってき裂先端近傍の応力特異場が高くなり、き裂伝ばが加速されることを示している。

(3) 界面構造の複雑性のひとつとして銅らせん型ナノ要素集合薄膜を挿入したナノ構造異材界面に着目し、その界面端部からの破壊発生実験を行っている。それによって、界面端部に位置するナノ要素に対する作用力が臨界値に達したときにき裂が生じることを示し、界面強度とそれを構成するナノ要素の強度の関係を明らかにしている。

以上のように、本論文は、サブミクロンスケールの異材積層材の界面における複雑な破壊現象について、その破壊メカニズムと界面構造に着目した実験方法を提案するとともに、実験結果より界面破壊に関する支配力学因子を解明したものであり、学術上、實際上、寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士(工学)の学位論文として価値あるものと認める。また、平成28年1月19日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行って、申請者が博士後期課程学位取得基準を満たしていることを確認し、合格と認めた。

なお、本論文は、京都大学学位規程第14条第2項に該当するものと判断し、公表に際しては、当該論文の全文に代えてその内容を要約したものとすることを認める。